

DIN EN ISO 16014-5

ICS 71.040.50; 83.080.01

Einsprüche bis 2009-09-20

Entwurf

**Kunststoffe –
Bestimmung der durchschnittlichen Molmasse und der
Molmassenverteilung von Polymeren mittels
Gelpermeationschromatographie –
Teil 5: Lichtstreuendetektionsverfahren (ISO/DIS 16014-5:2009);
Deutsche Fassung prEN ISO 16014-5:2009**

Plastics –
Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers
using size-exclusion chromatography –
Part 5: Light scattering method (ISO/DIS 16014-5:2009);
German version prEN ISO 16014-5:2009

Plastiques –
Détermination de la masse moléculaire moyenne et de la répartition des masses
moléculaires des polymères par chromatographie d'exclusion stérique –
Partie 5: Méthode par diffusion de la lumière (ISO/DIS 16014-5:2009);
Version allemande prEN 16014-5:2009

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2009-07-20 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses
Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an nab@din.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann
im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN,
10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 27 Seiten

Normenausschuss Beschichtungsstoffe und Beschichtungen (NAB) im DIN
Normenausschuss Kunststoffe (FNK) im DIN

Nationales Vorwort

Der europäische Norm-Entwurf prEN ISO 16014-5 fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ (Sekretariat: DIN, Deutschland). Der ihm zugrunde liegende internationale Norm-Entwurf ISO/DIS 16014-5 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ SC 5 „Physical-chemical properties“ (Sekretariat: DIN, Deutschland) ausgearbeitet. Der deutsche Norm-Entwurf E DIN EN ISO 16014-5 fällt in den Zuständigkeitsbereich des Arbeitskreises NA 002-00-02-03 AK „Gelpermeationschromatographie“ des NA 002-00-02 AA „Lackrohstoffe“. Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 472 siehe DIN EN ISO 472
ISO 5725-1 siehe DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2 siehe DIN ISO 5725-2

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 472, *Kunststoffe — Fachwörterverzeichnis*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

**Kunststoffe — Bestimmung der durchschnittlichen Molmasse und der
Molmassenverteilung von Polymeren mittels
Gelpermeationschromatographie — Teil 5: Lichtstreuendetektionsverfahren
(ISO/DIS 16014-5:2009)**

Plastiques — Détermination de la masse moléculaire moyenne et de la répartition des masses moléculaires des polymères par chromatographie d'exclusion stérique — Partie 5: Méthode par diffusion de la lumière (ISO/DIS 16014-5:2009)

Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 5: Light scattering method (ISO/DIS 16014-5:2009)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.2

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Formelzeichen	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Reagenzien	5
7 Gerät	6
8 Durchführung	8
9 Kalibrierung	10
10 Datensammlung und -verarbeitung	12
11 Auswertung	12
12 Präzision	14
13 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Ringversuch	17
Anhang B (informativ) Angaben zur Lichtstreuung	19
Anhang C (informativ) Kalibrierkurve bei kleinem Bereich der Molmasse	23
Literaturhinweise	25

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16014-5:2009) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 139 „Lacke und Anstrichstoffe“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 16014-5:2009 wurde vom CEN als prEN ISO 16014-5:2009 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein allgemeines Verfahren zum Bestimmen der durchschnittlichen Molmasse und der Molmassenverteilung von Polymeren durch GPC-LS, d. h. Gelpermeationschromatographie (GPC), gekoppelt mit Messung durch Lichtstreuung (LS), fest. Die durchschnittliche Molmasse und die Molmassenverteilung werden aus den Daten für die Molmasse und den Massenkonzentrationen berechnet, die kontinuierlich mit der Elutionszeit bestimmt werden. Die Molmasse bei jeder Elutionszeit wird als Absolutwert bestimmt, indem ein Detektor für die Lichtstreuung mit einem konzentrationsempfindlichen Detektor kombiniert wird. Die GPC-LS wird deshalb als ein absolutes Verfahren klassifiziert.

Zur Anwendbarkeit des Verfahrens siehe ISO 16014-1, Anhang A.1.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei diesen Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokumentes (einschließlich aller Änderungen).

ISO 472, *Plastics — Vocabulary*

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 16014-1, *Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 1: General principles*

ISO 16014-2, *Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 2: Universal calibration method*

ISO 16014-3, *Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 3: Low-temperature method*

ISO 16014-4, *Plastics — Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography — Part 4: High-temperature method*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 472 und ISO 16014-1 und die folgenden Begriffe.

3.1

Lichtstreuung

LS

eine Technik zum Messen von Streulicht aus einer Polymerlösung, um die Masse oder Größe von in der Lösung gelösten Polymermolekülen zu charakterisieren und zu bestimmen.

3.2

Brechzahlkrement

dn/dc

ein Differentialkoeffizient der Brechzahl einer Polymerlösung als Funktion der Massenkonzentration c . Er wird in der Literatur auch "spezifisches Brechzahlkrement" genannt. Bei der Lichtstreuung wird allgemein der Grenzwert von dn/dc bei der Konzentration Null angewendet.

3.3

L-Punkt

ein spezieller Punkt auf der Kurve der Molmasse als Funktion der Elutionszeit für Verbindungen mit niedriger Molmasse wie Polymeroligomere der Polymerprobe oder organische Verbindungen mit einer ähnlichen chemischen Struktur wie die Probe. Im Bereich um den L-Punkt ist das LS-Signal zu gering, um die Molmasse berechnen zu können. Deshalb ist die Messung des L-Punktes erforderlich, um das Verhältnis zwischen Molmasse und Elutionszeit für die Polymerprobe in diesem Bereich zu bestimmen. Eine Einführung zum L-Punkt wird im Anhang C gegeben.

4 Formelzeichen

R_g	Drehungsradius eines Polymermoleküls in Lösung	nm
A_2	zweiter Virialkoeffizient eines Polymermoleküls in Lösung	$\text{cm}^3 \text{ mol g}^{-2}$
c	Massenkonzentration eines Polymers in Lösung	g cm^{-3}
dn/dc	Brechzahlkrement	cm g^{-1}
H_i	Intensität des Überschusssignals eines Konzentrationsdetektors bei der i-ten Elutionszeit	
$I_{\text{LS},i}$	Intensität des Überschusssignals von Streulicht bei der i-ten Elutionszeit	
v	eluiertes Volumen während der Datenaufnahme (Intervall)	cm^3

5 Kurzbeschreibung

5.1 GPC

Zur Gelpermeationschromatographie siehe ISO 16014-1, Abschnitt 4.

5.2 Lichtstreuung

Aus GPC-Trennsäulen eluierte Polymermoleküle werden mit einem Strahl monochromatischen sichtbaren Lichts gemessen. Das von den Molekülen gestreute Licht wird kontinuierlich von einem Lichtstreuungsdetektor aufgenommen. Da das Eluat eine verdünnte Polymerlösung ist, ist die Intensität des gestreuten Lichts annähernd proportional dem Produkt aus Molmasse und Massenkonzentration des Polymermoleküls. Die Intensität des Streulichts, geteilt durch die Konzentration, ergibt deshalb die Molmasse zu jeder Elutionszeit. Ein Datensatz aus Molmasse und Massenkonzentration oder Massenanteil bei jeder Elutionszeit wird zum Berechnen der Molmassenverteilung und der durchschnittlichen Molmassen des Polymers verwendet.

6 Reagenzien

6.1 Elutionsmittel

Allgemeines über Elutionsmittel siehe ISO 16014-1, 5.1.

Beispiele für Elutionsmittel, die für GPC-Messungen bei Temperaturen unter und über 60 °C verwendet werden, siehe ISO 16014-3, Anhang B, und ISO 16014-4, Anhang B.

6.2 Reagenzien zur Bewertung von Trennsäulen

Beispiele von Verbindungen mit niedriger Molmasse zur Bewertung von Trennsäulen für Messungen bei Temperaturen unter 60 °C siehe ISO 16014-3, 5.2, und für Messungen bei Temperaturen über 60 °C ISO 16014-4, Unterabschnitt 5.2.

6.3 Kalibrierstandards

Da das Rayleigh-Verhältnis von Toluol und Benzol gut bekannt ist, werden diese zum Bestimmen der Gerätekonzstante eines Lichtstreuungsdetektors verwendet (Anhang B.2).

Wässrige Lösungen von Kaliumchlorid (KCl) oder Natriumchlorid (NaCl) werden zum Bestimmen der Gerätekonzstante eines Brechzahl-detektors verwendet. Die Konzentrationsabhängigkeit der Brechzahldifferenz der Lösungen wird zum Berechnen der Konstante angewendet.

Eine niedermolekulare und monodisperse Polymerverbindung wird zum Bestimmen des Verzögerungsvolumens zwischen Lichtstreuungs- und Konzentrationsdetektor verwendet. Diese Verbindung kann auch zum Kalibrieren der Winkelabhängigkeit der Empfindlichkeit eines Mehrwinkel-Lichtstreuungsdetektors verwendet werden. Beim Kalibrieren der Detektorempfindlichkeit sollte der Drehungsradius R_g der Verbindung weniger als 10 nm betragen. Ein Drehungsradius von weniger als 5 nm ist wünschenswert. Verbindungen mit gut bekannten R_g -Werten können auch verwendet werden.

Polymere als Referenzmaterialien werden zum Kalibrieren in Bereichen der Molmasse von 20 000 bis 50 000 verwendet.

Organische Verbindungen mit niedriger Molmasse oder Oligomere der Polymerprobe, die zz. untersucht werden, werden zum Bestimmen des „L-Punktes“ verwendet.

6.4 Reagenz zum Markieren des Durchflusses

Siehe ISO 16014-1, 5.4.

Beispiele von Verbindungen, die als Durchfluss-Markierungssubstanzen für Messungen bei Temperaturen unter 60 °C verwendet werden, siehe ISO 16014-3, 5.4, und für Messungen über 60 °C ISO 16014-4, 5.4.

6.5 Additive

Siehe ISO 16014-1, 5.5.

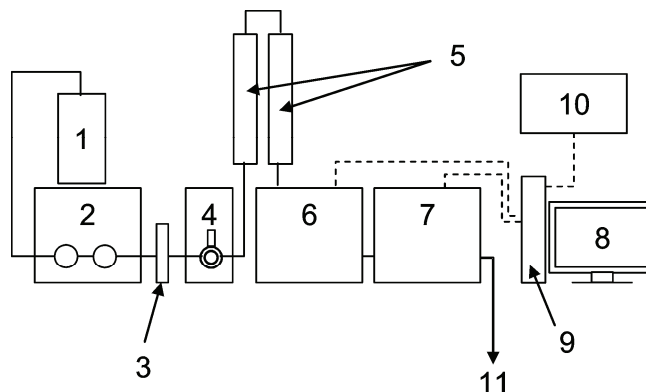
Einige Beispiele von Additiven für Messungen unter 60 °C werden in ISO 16014-3, 5.5, erwähnt, solche für Messungen über 60 °C in ISO 16014-4, 5.5.

7 Gerät

7.1 Allgemeines

Eine typische schematische Darstellung eines GPC-LS-Systems wird im Bild 1 gezeigt. Diese ist ähnlich der in ISO 16014-1, Bild 1. Der Unterschied ist, dass der Lichtstreuungsdetektor zusätzlich in Reihe geschaltet ist. Der Lichtstreuungsdetektor und der Konzentrationsdetektor können auch parallel geschaltet werden. Jede Komponente, die die für dieses Verfahren festgelegten Leistungsanforderungen erfüllt, darf verwendet werden.

Jedes im Handel erhältliche GPC-LS-System oder GPC-LS-Systeme, die im Laboratorium zusammengesetzt werden, darf/dürfen für dieses Verfahren verwendet werden, vorausgesetzt, dass sie das geforderte Leistungsniveau erfüllen.



Legende

1	Vorratsbehälter für Elutionsmittel	5	Trennsäulen	9	Computer
2	Pumpe	6	Lichtstreuungsdetektor	10	Drucker
3	Inline-Filter	7	Konzentrationsdetektor	11	zum Abfluss
4	Injektor	8	Display (Anzeige)		

Bild 1 — Typische schematische Darstellung eines GPC-LS-Systems

7.2 Vorratsbehälter für Elutionsmittel

Siehe ISO 16014-1, 6.2 und ISO 16014-3, 6.2.

7.3 Pumpensystem

Siehe ISO 16014-1, 6.3 und ISO 16014-3, 6.3.

7.4 Injektor

Siehe ISO 16014-1, 6.4 und ISO 16014-3, 6.4.

7.5 Trennsäulen

7.5.1 Allgemeines

Siehe ISO 16014-1, 6.5.1, ISO 16014-3, 6.5, und ISO 16014-4, 6.5.

7.5.2 Bestimmung der Zahl der theoretischen Böden

Siehe ISO 16014-1, 6.5.2.

7.5.3 Bestimmung des Auflösungsfaktors

Siehe ISO 16014-1, 6.5.3.

7.5.4 Bestimmung des Asymmetriefaktors

Siehe ISO 16014-1, 6.5.4.